

## PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 06-279106

(43)Date of publication of application : 04.10.1994

---

(51)Int.Cl. C04B 35/40  
C01G 49/00  
H01F 1/34

---

(21)Application number : 05-093805 (71)Applicant : TAIYO  
YUDEN  
CO LTD

(22)Date of filing : 30.03.1993 (72)Inventor : KAWADA  
YUKIHIRO

---

(54) PRODUCTION OF HIGH DENSITY POLYCRYSTALLINE  
YIG FERRITE

(57)Abstract:

PURPOSE: To provide high density polycrystalline YIG ferrite almost free from lattice defects due to a deficiency of oxygen.

CONSTITUTION: A compsn. as starting material for YIG ferrite is calcined in an atmosphere having 40-60% concn. of oxygen under 1-10 atm pressure and a compact using the resulting calcined body is fired in an atmosphere at  $\geq 1,200^{\circ}\text{C}$  under a partial pressure of oxygen corresponding to  $\geq 10\%$  concn. of oxygen to obtain the objective high density polycrystalline YIG ferrite.

---

LEGAL STATUS

[Date of request for  
examination]

[Date of sending the  
examiner's decision of  
rejection]

[Kind of final disposal of  
application other than the  
examiner's decision of  
rejection or application  
converted registration]

[Date of final disposal for  
application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against  
examiner's decision of  
rejection]

[Date of requesting appeal  
against examiner's decision of  
rejection]

[Date of extinction of right]

Copyright (C); 1998,2003 Japan Patent Office

(19)日本国特許庁 (J P)

(12) 公 開 特 許 公 報 (A)

(11)特許出願公開番号

特開平6-279106

(43)公開日 平成6年(1994)10月4日

(51)IntCl. <sup>5</sup>	識別記号	庁内整理番号	F I	技術表示箇所
C 0 4 B 35/40				
C 0 1 G 49/00		D		
H 0 1 F 1/34		J		

審査請求 未請求 請求項の数1 F D (全 4 頁)

(21)出願番号	特願平5-93805	(71)出願人	000204284 太陽誘電株式会社 東京都台東区上野6丁目16番20号
(22)出願日	平成5年(1993)3月30日	(72)発明者	川田 幸広 東京都台東区上野6丁目16番20号 太陽誘電株式会社内
		(74)代理人	弁理士 佐野 忠

(54)【発明の名称】 高密度Y I G多結晶フェライトの製造方法

(57)【要約】

【目的】酸素欠損による格子欠陥の少ない高密度Y I G多結晶フェライトを提供する。

【構成】Y I Gフェライト原料組成物を1~10気圧で酸素濃度40~60%の雰囲気下において仮焼する工程と、この仮焼物を用いた成型体を酸素分圧が酸素濃度で10%以上及び1200℃以上の雰囲気で焼成する工程を有する高密度Y I G多結晶フェライトの製造方法。

【効果】高密度Y I G多結晶フェライトを提供できるので、高周波帯域におけるアイソレータやサーキュレータといった非可逆線路用デバイスに用いると、挿入損失を低減することができる。

【特許請求の範囲】

【請求項1】 酸化第二鉄、酸化イットリウムを含有するYIGフェライト原料組成物を1～10気圧で酸素濃度40%以上の雰囲気において仮焼する仮焼工程と、該仮焼工程で得られた仮焼物を用いて得られた成型体を酸素分圧が酸素濃度で10%以上となる雰囲気下において1200℃以上で焼成する焼成工程を有する高密度YIG多結晶フェライトの製造方法。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【産業上の利用分野】本発明は、特にアイソレータやサーキュレータなどの高周波フェライトデバイスに好適とされるYIG系ガーネットフェライトを高密度化した高密度YIG多結晶フェライトの製造方法に関するものである。

【0002】

【従来の技術】従来より高周波帯域におけるアイソレータやサーキュレータといった非可逆線路などのデバイス用フェライトとして、YIGフェライトに代表されるガーネット型フェライトが用いられているが、このようなフェライトは一般に、酸化第二鉄と酸化イットリウム及び微量の添加剤の粉末混合物を空气中で仮焼してフェライト化させ、これを粉砕し所定の形状に成型して得られる成型体を、常圧下酸素濃度10～100%となる雰囲気のもと1200℃以上の温度で焼成し、フェライト粒子径や磁気特性を制御することにより製造されている。

【0003】

【発明が解決しようとする課題】しかしながら、上記のような製造条件で作成したYIGフェライトは、結晶中における酸素の欠損による格子欠陥が存在し、そのため結晶粒成長が抑制され、フェライトとしては密度の低下を来し、また、デバイスにおいては挿入損失の低下を起し難くするものであった。本発明の目的は、酸素欠損による格子欠陥の少ない高密度YIG多結晶フェライトを提供することにある。

【0004】

【課題を解決するための手段】本発明は、上記課題を解決するために、酸化第二鉄、酸化イットリウムを含有するYIGフェライト原料組成物を1～10気圧で酸素濃度40%以上%の雰囲気において仮焼する仮焼工程と、該仮焼工程で得られた仮焼物を用いて得られた成型体を酸素分圧が酸素濃度で10%以上となる雰囲気下において1200℃以上で焼成する焼成工程を有する高密度YIG多結晶フェライトの製造方法を提供するものである。

【0005】本発明に係わる高密度YIG多結晶フェライトは、次の一般式で示される化合物からなる。

【0006】

【化1】



【0007】（上記一般式中、A、Bはそれぞれ添加剤の元素を示し、A又はBはそれぞれ複数の元素からなることもあり、xは $0 \leq x \leq 1$ であり、yは $0 \leq y \leq 1.5$ である。）

【0008】上記一般式中Aとしては、希土類、Ca、Bi、Ce等の元素が挙げられ、BとしてはAl、In、V、Ge等の元素が挙げられる。xが1より大きいと、また、yが1.5より大きいと、YIG多結晶フェライトと結晶相の異なる、いわゆる二次相が析出することがある。

【0009】上記一般式で示されるYIG多結晶フェライトを製造するには、その原料としては酸化鉄と酸化イットリウムを必須成分として、これに必要に応じて上記A及び／又はB元素の酸化物を加える。その混合割合としては、例えば酸化第二鉄66.2モル%、酸化イットリウム33.8モル%が挙げられ、これらに対して上記A及び／又はB元素の酸化物を6モル%加えるが、磁気特性のシリーズ化などで適正割合は変化する。

【0010】上記一般式で示される化合物からなる高密度YIG多結晶フェライトを製造するには、上記原料組成物を1～10気圧で酸素濃度40%以上、すなわち40～100%の雰囲気下において仮焼する仮焼工程を設ける。酸素濃度が40%より低くなると、気孔率（試料の任意の切断面における気孔の占める面積を百分率で表示したもの）が小さくならず、高密度フェライトが得られない。雰囲気圧力が1気圧より小さい場合も同様である。この仮焼工程における焼成温度としては例えば1000℃が例示され、その焼成時間としては例えば2時間が例示される。温度が高過ぎると焼結が進行し過ぎ、低過ぎると反応が進まない。時間が長すぎても反応が完結しておれば問題がないが、短過ぎると未反応物が残ってしまう。

【0011】上記仮焼工程を経て得られた仮焼物は、粉砕され、ポリビニルアルコール系等のバインダーを添加された後、アイソレータやサーキュレータ等の具体的用途に応じた形状に成型される。この成型体を500℃程度で加熱処理してバインダーを焼失させる、いわゆる脱バイ処理を行った後、最終的には酸素分圧が酸素濃度で10%以上、すなわち10～100%となる雰囲気下において1200℃以上で焼成する。雰囲気中の酸素以外の成分としてはHe、Arや窒素等の不活性ガスが挙げられる。酸素濃度を10～100%とすることは、最終的に気孔率を0.01%以下に低下させ、フェライトの結晶粒子径、磁気特性を制御するために必要であり、また、1200℃以上とすることは、有効な焼結を進行させ、気孔率を効果的に低下させた緻密なフェライト焼成体を得るために必要である。

【0012】上記の焼成工程において1200℃以上に

加熱する時間は3～8時間、その雰囲気圧力は問わないが、4～10気圧が好ましい。時間が長過ぎても問題ないが、短じか過ぎたり、圧力が低すぎると気孔率の上昇を招く。また、圧力が10気圧を越えても効果が10気圧で頭打ちとなり、向上しない。1200℃に至るまでは、上記の酸素濃度及びこの圧力の雰囲気下で段階的に昇温させることも好ましい。得られた焼成体は冷却されるが、上記焼成時と同じ雰囲気下で冷却しても良いが、1000℃まではその雰囲気下で冷却し、それ以下では大気中で冷却することもできる。

【0013】このようにして高密度YIG多結晶フェライトが得られるが、X線回折法により調べることにによりほぼ100%ガーネット相であることが確かめられ、気孔率も極めて小さいことが確かめられる。

【0014】

【作用】原料粉末を酸素濃度の高い雰囲気中で仮焼することにより、酸素欠損による格子欠陥を起し、これに伴い結晶が成長し易く、気孔率が低減され、高密度化される。

【0015】

【実施例】次に本発明の実施例を説明する。

実施例1

モル比で66.2モル%の酸化第二鉄と、33.8モル%の酸化イットリウムの粉末混合物に対し、酸化ガドリニウムを6モル%加えた粉末を、1気圧下、酸素ガス濃度50%、窒素ガス濃度50%の雰囲気中で1000℃にて2時間仮焼した後、粉碎し、適量のバインダー（ポリビニルアルコールなど）を添加し、アイソレータ用の成

型体を作成した。この成型体を脱バイ処理し、400℃までは1時間当たり50℃、400℃から900℃までは1時間当たり200℃で昇温し、そして900℃から1時間当たり100℃の昇温速度で1250℃まで昇温し、その後1250℃で8時間保持することにより焼成を行った。

【0016】この際、雰囲気は1気圧で酸素濃度が80%となるような酸素分圧とした。焼成の後の冷却もこの酸素濃度雰囲気下で1000℃まで行い、これから常温までの冷却は大気雰囲気下で行った。このようにして得られたYIG多結晶フェライトの平均粒径、気孔率を測定した結果を、仮焼の雰囲気条件、焼成の雰囲気条件とともに表1に示す。また、X線回折法により調べた結果、この得られたYIG多結晶フェライトは100%ガーネット相であることを確認した。また、密度を測定した結果、YIG理論密度のほぼ100%であった。なお、平均粒径、気孔率、密度の測定方法は次のとおりである。

【0017】（平均粒径）試料の任意の切断面に対して研磨を施し、その研磨面を金属顕微鏡を用いて1000倍の倍率にて目視し、視野中の各粒子の径の和とその個数から求めた平均である。

【0018】（気孔率）試料の任意の切断面に対して研磨を施し、その研磨面を金属顕微鏡を用いて1000倍の倍率にて目視し、視野中の気孔径（長径） $D_i$ とその個数 $N_i$ を測定し次の式にて求めた。

【0019】

【数1】

$$P(\%) = \left\{ \sum_i \pi (D_i / 2)^2 N_i / (\text{測定面積}) \times 100 \right.$$

【0020】実施例2、3

実施例1において、仮焼の雰囲気条件を表1のそれぞれの欄に記載したものに代えた以外は同様に操作してそれぞれのYIG多結晶フェライトを得、これらの平均粒径、気孔率を測定した結果を表1に示す。また、X線回折法により調べた結果、この得られたYIG多結晶フェライトは100%ガーネット相であることを確認した。また、密度を測定した結果、YIG理論密度のほぼ100%であった。

【0021】実施例4

モル比で酸化第二鉄48.9モル%、酸化イットリウム25.0モル%、酸化カルシウム18.2モル%、酸化バナジウム4.5モル%、酸化アルミニウム3.4モル%からなる組成の粉末混合物を3気圧の酸素100%雰囲気下で1000℃にて2時間仮焼した後、粉碎し、以下実施例1と同様にしてアイソレータ用の成型体を作成した。この成型体を実施例1と同様に脱バイ処理した後、400℃までは1時間当たり50℃、400℃から1000℃までは1時間当たり200℃、そして1000℃から1時間当たり100℃の昇温速度で1350℃

まで昇温し、その後1350℃で8時間保持することにより焼成を行った。この際雰囲気は10気圧で酸素濃度80%となる酸素分圧とした。以下実施例1と同様にして冷却した。得られたYIG多結晶フェライトを上記と同様に測定した結果、平均粒径は9.5 $\mu$ m、気孔率は0.008であった。また、X線回折法により調べた結果、この得られたYIG多結晶フェライトは100%ガーネット相であることを確認した。また、密度を測定した結果、YIG理論密度のほぼ100%であった。

【0022】比較例1

モル比で62.5%の酸化第二鉄と、37.5%の酸化イットリウムの粉末混合物を、1気圧下、酸素ガス濃度20%、窒素ガス濃度80%の雰囲気中で1000℃にて2時間仮焼した後、粉碎し、以下実施例1と同様に操作してYIG多結晶フェライトを得た。このYIG多結晶フェライトの平均粒径、気孔率を測定した結果を、仮焼の雰囲気条件、焼成の雰囲気条件とともに表1に示す。また、X線回折法により調べた結果、この得られたYIG多結晶フェライトはほぼ100%ガーネット相であったが、二次相の存在もわずかながら確認された。また、

密度を測定した結果、YIG理論密度の約96～98%までの密度にとどまっていることが分かった。

【0023】比較例2～4

比較例1において、仮焼の雰囲気条件を表1のそれぞれの欄に記載したものに代えた以外は同様に操作してそれぞれのYIG多結晶フェライトを得、これらの平均粒径、気孔率を測定した結果を表1に示す。また、X線回折法により調べた結果、この得られたYIG多結晶フェライトは100%ガーネット相であることを確認した。

【0024】比較例5

モル比で酸化第二鉄48.9%、酸化イットリウム25.0%、酸化カルシウム18.2%、酸化バナジウム

4.5%、酸化アルミニウム3.4%からなる組成の粉末混合物を1000℃にて2時間大気中で仮焼した後、粉碎し、以下実施例7と同様に操作してYIG多結晶フェライトを得た。このYIG多結晶フェライトを上記と同様に測定した結果、平均粒径は8.6μm、気孔率は0.10%であった。また、X線回折法により調べた結果、この得られたYIG多結晶フェライトは100%ガーネット相であることを確認した。また、密度を測定した結果、YIG理論密度の約90%までの密度にとどまっていることが分かった。

【0025】

【表1】

	仮焼雰囲気		焼成雰囲気		気孔率 (%)	粒径 (μm)
	圧力 (気圧)	酸素濃度 (%)	圧力 (気圧)	酸素濃度 (%)		
実施例1	1	50	1	80	0.01	9.0
実施例2	1	100	1	80	0.01	9.2
実施例3	3	100	1	80	0.009	9.6
比較例1	1	20	1	80	0.04	8.8
比較例2	3	20	1	80	0.04	8.7
比較例3	5	20	1	80	0.02	9.0
比較例4	10	20	1	80	0.03	8.8

【0026】

【発明の効果】本発明によれば、酸素濃度を高くした雰囲気中でYIGフェライト原料組成物を仮焼したので、酸素欠損による格子欠陥の少ない高密度YIG多結晶フ

ェライトが得られ、これを高周波数帯域のアイソレータやサーキュレータ等の非可逆線路用デバイスに用いれば挿入損失を少なくすることができる。